





N-alkyl neoalkanamides

Patent number:	GB2194787
Publication date:	1988-03-16
Inventor:	STELTENKAMP ROBERT J.; EATON CRAIG FIELD
Applicant:	COLGATE PALMOLIVE CO
Classification:	- international: C07C103/34
	- european: A01N37/18; C11D1/52B; C11D3/32
Application number:	GB19870018816 19870807
Priority number(s):	US19860894983 19860808; US19860894985 19860808; US19870071305 19870716

Also published as:

	MX164582 (A)
	FR2602506 (A1)
	DE3724900 (A1)
	AR245099 (A1)

Report a data error here

Abstract not available for GB2194787

Abstract of corresponding document: **DE3724900**

N-lower alkyl neoalkanamides of 1 to 4 carbon atoms in the lower alkyl thereof, and of 5 to 14 carbon atoms in the neoalkanoyl group, e.g. N-methyl- and N-ethyl neodecanamides, are new compounds which have pestrepellent properties, being especially effective against insects such as cockroaches. They may be applied directly to surfaces to be treated or they may be incorporated in detergent compositions, such as laundry detergents, floor and wall cleaners, rug cleaners and shampoos, hair shampoos, and liquid and bar soaps, and have been found to be sufficiently substantive to the substrate being washed so as to impart insect repelling properties to it. In addition to insect repelling uses, the N-lower alkyl neoalkanamides are also useful components of perfumes.

Data supplied from the **esp@cent** database - Worldwide


DE 37 24 900 C 2

BUNDESDRUCKEREI 02.00 11/4/19 15

<p>(38) Unionspriorität:</p> <p>894983 08. 08. 1986 US 894985 08. 08. 1986 US 071305 16. 07. 1987 US</p> <p>(37) Patentinhaber: Colgate-Palmolive Co., New York, N.Y., US</p> <p>(36) Vertreter: Luskall & Stolberg, 22607 Hamburg</p>	<p>(12) Erfinder: Stellenkamp, Robert John, Somerset, N.J., US; Eaton, Craig Field, Somerset, N.J., US</p> <p>(13) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht gezogene Druckschriften: DE 23 17 538 C2 DE 36 09 426 A1 DE 25 03 556 A1 GB 14 21 744 US 42 30 688 US 30 05 747 Chem. Abstr. 80:88263Y (1974);</p>
<p>(54) N-Alkylmalealkanamide sowie deren Verwendung</p>	<p>(57) N-Methylmaledecanamid</p>

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

(18) BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

(12) Patentschrift

(16) DE 37 24 900 C 2

(27) Aktenzeichen: P 37 24 900-2-41

(29) Anmeldetag: 28. 7. 1987

(46) Offenlegungstag: 10. 3. 1988

(45) Veröffentlichungstag der Patenterteilung: 6. 4. 2000

(56) Int. Cl. 7:

C 07 C 233/05

C 11 D 3/32

A 01 N 37/18

C 09 G 1/00

C 09 F 11/00

DE 37 24 900 C 2



Beispiel 7

Es wurde ein Schwebemittel aus den folgenden Bestandteilen hergestellt:

5	Bestandteile	
	Feinverteiltes SiO_2 -Pulver	97,5
	Lincares Natriumdodecylbenzolsulfonat	2,0
	N-Ethylindecylamin	0,5
10		<u>100,0</u>

Beispiel 8

Es wurde ein flüssiger Allzweckreiniger der folgenden Zusammensetzung hergestellt:

15	Bestandteile	
	Nicht-ionisches Tensid*	1,00
	Lincares Natriumdodecylbenzolsulfonat	2,00
	Naturneumolulfat	5,00
	Naturneumcarboxat	5,00
	Naturneumdicarbonat	1,00
	Optischer Aufheller	0,02
	N-Ethylindecylamin oder N-Methylindecylamin	0,01
	Farbstoff	1,00
25	Unionisiertes Wasser	84,97
		<u>100,00</u>

* Das nicht-ionische Tensid war ein Kondensationsprodukt aus 1 Mol eines höheren Fettkohlengemisches mit durchschnittlich 10 Kohlenstoffatomen und 5 Molen Ethylenoxid.

Beispiel 9

Es wurde ein flüssiger Allzweckreiniger der folgenden Zusammensetzung hergestellt:

35	Bestandteile	
	Lincares Natriumdodecylbenzolsulfonat	3,7
	Naturneumulfat	3,3
	Sodasäure	4,0
	Naturneumdicarbonat	2,0
	Nicht-ionisches Tensid*	2,0
	Isopropylalkohol	1,8
	Desfilierte Kokosnussölrestsäuren	0,5
	Farbstoff als 0,1%ige wässrige Lösung	0,6
45	Parfum	0,8
	Wichtiges Wasser	80,3
	N-Methylindecylamin	1,0

* Das nicht-ionische Tensid war ein Kondensationsprodukt aus 1 Mol einer Mischung höherer Fettkohlensäuren mit 9 bis 11 Kohlenstoffatomen mit 6 Molen Ethylenoxid.

Der pH-Wert des insektenabweisenden flüssigen Allzweckreinigers wurde entweder mit Schwefelsäure oder Soda auf $10,5 \pm 0,2$ eingestellt. Der erhaltene Keimling hatte eine ausgezeichnete insektenabweisende Wirkung und die damit gebrauchten Flächen und Gegenstände bzw. die Flächen, auf die dieses Mittel in konzentrierter oder verdünnter Form aufgetragen wurde, enthielten auf der Oberfläche einen kleinen Anteil an N-Methylindecylamin und waren somit insektenabweisend.

Beispiel 10

Es wurde ein flüssiges Reinigungsmittel auf Basis von Phenol wie folgt hergestellt:

65	Bestandteile	
	Naturneumparaffinsulfonat	6,8
	Tensid*	7,0
		4,0

5	Bestandteile	Phenol N-Methylpiperidodecanamid Natriumsulfat Essenziales Wasser	10,0 10,0 3,8 58,4	100,0
10	* Das Tensid war ein Kondensationsprodukt aus einem Mol eines höheren Fettsäurealkoholgemisches mit durchschnittlich 12 bis 13 Kohlenstoffatomen und 6,5 Molten Ethylenoxid.			
15	Durch die Verwendung dieses Mittels als Reinigungsmittel in konzentrierter oder verdünnter Form bleibt an der Oberfläche das Insektenabweisende Mittel bis zu 3 Wochen wirksam.			
20	Bestandteile	Natriumsulfat von Laundersäuremonoethanolammoniumsalz Enzymgemisch mit lipolytischen, proteolytischen und amylolytischen Enzymen Natriumtripolyphosphat Natriumhexametaphosphat Natriummonophosphat Natriumbicarbonat Farnesol Calciumstearat N-Methylpiperidodecanamid	30,0 2,0 20,0 5,0 3,5 20,0 8,0 10,0	100,0
25	Zur Herstellung eines Teppichreinigers wurden die folgenden Bestandteile ausgewählt:			
30	Das Calciumstearat war ein hydriertes synthetisches Produkt.			
35	Dieses Konzentrat wurde vor der Verwendung im Verhältnis 1 : 3 mit Wasser verdünnt, wobei 100 g ausreichten, um etwa 10 qm Teppich zu behandeln.			
40	Bestandteile	Ammonisches Tensid Wässriger Ammoniak (28%) Wasser N-Methylpiperidodecanamid	10,0 30,0 58,5 1,5	100,0
45	Als Tensid wurde lineare Alkylarylsulfonate verwendet.			
50	Vor Verwendung dieses Polsterreinigungsmittels wurde es in einem Volumenverhältnis von 1 : 3 mit einem Lösungsmittel nach Stoddard verdünnt.			
55	Beispiel 13			
60	Zur Herstellung eines Haarschampoos wurden die folgenden Bestandteile verwendet:			
65	Bestandteile	Ammoniummonoglycylerfatsulfat Hydroxypropylmethylcellulose Polyacrylamid N-Methylpiperidodecanamid Essenziales Wasser	22,0 1,0 1,0 75,0	100,0

Beispiel 14

Es wurde eine Hautcreme der folgenden Zusammensetzung hergestellt:

5	Bestandteile	Menge
	Gelbes Cereswachs	56,5 g
	Gelbes Bienenwachs	56,5 g
	Stearinsäure	56,5 g
10	Petrolatum, weiß	113,0 g
	Weißes Mineralöl	240,0 ml
	Wasser	180,0 ml
	Borax	8,4 g
15	Triethanolamin	15,0 ml

Alle Komponenten bis auf das im heißen Wasser gelbe Borax und das Triethanolamin wurden bei 71°C aufgeschmolzen, mit der heißen Boraxlösung verrührt und nach Abkühlen beim Binkühlen mit 10 g N-Methylinododecanamid versetzt.

Es wurde eine Körperteilung aus den folgenden Bestandteilen hergestellt:

25	Bestandteile	Gewichtsteil in g
	Glycerinmonostearat	50,0
	Oleinsäure	30,0
	Mineralöl	15,0
	Lanolin	10,0
30	Triethanolamin	12,0
	Natriumlaurylsulfat	10,0
	Konservierungsmittel	10,0
	Essentielles Wasser	980,0
35	N-Dihydroxynonanamid	12,0

Beispiel 16

Es wurde eine Stückenseife aus den folgenden Komponenten hergestellt:

40	Bestandteile	Gew.-%
	Seife	88,0
	N-Methylinododecanamid	1,0
	Tiandioxid	1,0
45	Zinnchlorid als Konservierungsmittel	0,2
	Wasser	9,8
		100,0

Als Seife wurde eine Talg/Kokos-Naturumseife (80 : 20) verwendet.

Anstelle von Seifenstückchen können auch solche mit synthetischen Tensidanilien hergestellt werden, indem man anstelle von bis zu 25% der Seife ein Kokosmonoglyceridsulfat verwendet. Analog können auch entsprechend weichge-

stellte, vollständig synthetische Tenside zur Herstellung von Seifenstückchen verwendet werden.

Konservierungsmittel, Tiandioxid, die insektenabweisende Komponente und Wasser wurden mit den getrockneten Seifenstückchen, die etwa 8% Wasser enthalten, durchgeschüttelt und versiegt und dann zu Seifenstückchen geschnitten und verpackt.

Seifenstückchen, die etwa 8% Wasser enthalten, durchgeschüttelt und versiegt und dann zu Seifenstückchen geschnitten und verpackt.

Seifenstückchen, die etwa 8% Wasser enthalten, durchgeschüttelt und versiegt und dann zu Seifenstückchen geschnitten und verpackt.

Seifenstückchen, die etwa 8% Wasser enthalten, durchgeschüttelt und versiegt und dann zu Seifenstückchen geschnitten und verpackt.

Seifenstückchen, die etwa 8% Wasser enthalten, durchgeschüttelt und versiegt und dann zu Seifenstückchen geschnitten und verpackt.

Es wurde ein insektenabweisendes Spray aus den folgenden Bestandteilen hergestellt:

65	Bestandteile	Gew.-%
	Dichlorodifluormethan	55,5
	Tetrachloroethanol	45,5
	Mineralöl	4,0

Bestandteile	N-Methylindecaneamid
Gew.-%	5,0
	<u>100,0</u>

Das Mineralöl und das N-Methylindecaneamid wurden in dem unter Druck stehenden Treibmittelgemisch gelöst und in einem Aerosolbehälter abgefüllt.

Beispiel 18

Zur Herstellung eines pulverförmigen insektenabweisenden Mittels wurden 99% gepulverter Ton mit 1% N-Methylindecaneamid vermischt.

Beispiel 19

Zur Herstellung eines Fußbodenwachses wurden die folgenden Komponenten verwendet:

Bestandteile	
Monomestervachs	6,0
Polyethylenwachs	4,0
Nicht-oxydiertes mikrokristallines Wachs	5,0
Talbleistölure	0,2
Wäßrige Kaliumhydroxyd-Lösung (43%ig)	0,5
N,N-Diäthylaminoethanol	1,0
Methylacetol	1,0
N-Propylisocrothepaneamid	2,0
Wasser	80,3
	<u>100,0</u>

Beispiel 20

Zur Herstellung eines Möbepflegehilfsmittels wurden die folgenden Bestandteile verwendet:

Bestandteile	
(A)rnabwachs	5,0
Bienenwachs	5,0
Cerestwachs	5,0
Silikonöl (DC 200)	5,0
Stoddard-Lösungsmittel	40,0
Parfümstoffe (75 : 25 Talg/Kokosölseife)	2,0
Wasser	<u>150,0</u>

Es wurde ein Wachst/Silikon-Konzentrat durch Erwärmen des Stoddard-Lösungsmittels auf etwa 52°C bei allmählicher Zugabe der vorher aufgeschmolzenen Wachse und des Silikonöls unter Rühren hergestellt. Gleichzeitig wurde die Seife bei einer Temperatur von 90°C in Wasser gelöst und anschließend heiß mit der Wachstispersion unter kräftigem Rühren vermischt. Die Mischung wurde dann schnell auf Zimmertemperatur abgekühlt und in 385 Teilen Wasser, 71 Teilen Naphtha und 15 Teilen N-Methylindecaneamid langsam versetzt. 71 Teile Dichlordifluormethan wurden als Treibmittel eingesetzt, um diese Mischung in einem Abgabebehälter einzubringen.

Beispiel 21

Zur Herstellung von Auslegpapier wurde dieses beidseitig mit flüssigem N-Methylindecaneamid in einem flüchtigen Lösungsmittel wie Aceton besprüht, worauf die Bahnen nach 2% eingeseigt, wenn gleich in einigen Fällen auch nur 0,1% wurden. Der Anteil an insektenabweisendem Mittel wird auf 2% eingeseigt, wenn gleich in einigen Fällen auch nur 0,1% verwendet werden kann. Dieses Belegpapier hat eine lange Lagerzeit vor seiner Verwendung, da ein Verlust an Wirksubstanz durch Verdunstung durch das Zusammenrollen der Papierbahn verhindert wird. In einem anderen Falle wurde das insektenabweisende N-Decaneamid während der Herstellung des Papierpulpes zugesetzt, wobei jedoch dafür Sorge getragen werden muß, daß bei der Weiterbehandlung und Papierherstellung das insektenabweisende Mittel nicht beim Trocknen verdunstet.

Beispiel 22

Es wurde ein insektenabweisendes Mittel für Müllbehälter hergestellt, indem man N-Methylindecaneamid in 2%iger zylindrischen Polyurethanschäumungsgespitz, der in einem offenen Halter an der Innenseite des Deckels eines üblichen Küchenabfallbehälters mit aufklappbarem Deckel befestigt wurde.

Beispiel 23

5 Zur Herstellung eines insektenabweisenden Insektizides wurden 98 Gew.-% Borsäure mit N-Methylinododecanamid vermischt. Die zehnwertigen Produkte gemäß Beispiel 5 bis 23 sind ausgezeichnet in ihrer Wirkung als insektenabweisendes Mittel und insbesondere gegenüber Käschenschaben. Die Einsatzmöglichkeiten und Verwendungsmöglichkeiten der erfindungsgemäßen Zusammensetzungen sind jedoch vielfältig.

Beispiel 24

10 Es wurde aus den erfindungsgemäßen N-Alkylinododecanamiden ein Parfüm der folgenden Zusammensetzung hergestellt:

Bestandteile	Gew.-%
p-tert-Butylcyclohexylacetat	12,0
N-Ethylinododecanamid	10,0
Linolal	10,0
Ceranol	10,0
Benzylsallylat	10,0
Benzylacetat	10,0
Zitronal	8,0
Terpinol	8,0
α-Isoamethylionon	6,0
Linylacetat	5,0
Phenylethylalkohol	5,0
Methylcetylketon	3,0
Ionon (αβ)	1,0
Hydroxycyclohexyl-methylanthranilat - Schiffsche Base	1,0
Ambrenverbindung (C ₁₅ H ₂₆ Nr. 2)	100,0

35 Die einzelnen Komponenten wurden miteinander vermischt, wobei ein Parfüm mit einem Wald/Blum/Ambra-Aroma erhalten wurde. Das in der Rezepturkomposition enthaltene Nodocanamid hatte eine harmonisierende Wirkung und künftige die Geruchsnote; es wirkt anschließend auch das Parfüm und macht es beständiger. Es wurden ähnlich gute Wirkungen erzielt, wenn anstelle des N-Ethylinododecanamids jetzt N-Ethylinododecanamid oder andere N-Indere-Alkylinododecanamide oder deren Mischungen verwendet wurden. Insbesondere ergibt das N-Methylinododecanamid eine Harmonisierung und einen blumigen Geruch in ÜberEinstimmung mit den anderen Parfümbestandteilen, wobei das Aroma verstärkt wird.

Beispiel 25

40 Es wurde ein Parfüm unter Verwendung der folgenden Bestandteile hergestellt:

Bestandteile	Gew.-%
Styrallylpropional	20,0
N-Ethylinododecanamid	15,0
γ-Undecalacton	10,0
Anethol	10,0
Benzylacetat	10,0
Ethylmethylphenylglycidat	5,0
Benzylformiat	5,0
Dimethyl	5,0
Hydroxyethylpyreron in 1%iger Lösung in Diethylphthalat	5,0
Allylcyclohexanpropional	5,0
γ-Nonalacton	5,0
Linolylbenzozat	4,0
Yang Yang-Dixtrakt	1,0
	100,0

Die Komponenten wurden miteinander vermischt und ergaben ein tropisch fruchtiges Aroma, welches für Haushaltsprodukt wie Waschmittel, Seifen und für Kosmetika geeignet war. Das N-Ethylinododecanamid verstärkt das Aroma und verbessert die Substanzität und Beständigkeit; es trägt auch zu einem natürlichen fruchtigen und weniger laconischen Geruch bei. Anstelle des N-Ethylinododecanamids können auch andere N-Indere-Alkylinododecanamide wie N-Me-

55 schen Geruch bei. Anstelle des N-Ethylinododecanamids können auch andere N-Indere-Alkylinododecanamide wie N-Me-

60 schiedliche Stabilitäten, Substanzitäten und Duftnoten; sie sind jedoch alle für Parfüms geeignet und tra-

canamid verwendet werden. Jedes der erwähnten Nodocanamide hat eine andere Geruchsnote und alle haben unter-

decanamid, N-Buylinocetanamid und N-Methylinocetanamid, werden ähnliche Wirkungen erhalten.

Wenn andere niedere Alkylinocetamide anstelle des N-Methylinocetanamids eingesetzt werden, wie N-Ethylinocetamid, N-Propylinocetamid und N-Butylinocetamid, erwünschte Wirkung ist.

55 stuz zusätzlich inestetisch wirkende Eigenschaften, wie sie insbesondere für "Dephthalmopos, Planchenreinigungsmittel" nigungsmittel, Poliermittel und Shampoo zeigt, es eine angenehme Duftnote, ist substantiell, stabil und be- ständigkeit nach Aftierung oder Binsatz. Beim Einbau dieses Parfums in Hausmittel, wie Waschmittel, Rei-

60 beim Nachrocknen, die Komposition wurde verstärkt und die Substanzvielfalt auf den Substanzvielfalt, ebenso die Be- ständigkeit nach Aftierung oder Binsatz. Beim Einbau dieses Parfums in Hausmittel, wie Waschmittel, Rei-

Das Parfum wurde durch Vermischen der einzelnen Bestandteile erhalten und hatte eine hübschartige Duftnote. Durch

Bestandteile		Gew.-%
Hydroxyzylformel (symmetrisch)	28,0	
N-Methylinocetanamid	20,0	
Cyclamaledehyd	1,0	
Ceranol	20,0	
Zitronellol	15,0	
Bräunung	5,0	
Phenylethylalkohol	3,0	
Helionol	2,0	
Isol (10%ige Lösung in Diethylphthalat)	2,0	
α/β-Ionon	1,0	
γ-Ionon	1,0	
γ-Ionon	1,0	
Zitronellaldehyd	0,5	
Bourbonol	0,5	
100,0		

40 Es wurde ein Parfum aus den folgenden Bestandteilen hergestellt:

Beispiel 27

55 Schwierigkeit vergrößert.

Das N-Ethylinocetanamid die Fruchterweichung der Rose-Deftnote in eine zuckert marmeladenartige Qualität bringt, während die Ionen unterdrückt werden. Zusätzlich wird das Parfum noch verstärkt und seine Substanzvielfalt und Bestän-

Die obigen Bestandteile wurden miteinander vermischt, um ein Parfum mit rosenartigem Charakter zu erhalten, wobei

Bestandteile		Gew.-%
Zitronellol	25,0	
Phenylethylalkohol	25,0	
N-Ethylinocetanamid	10,0	
Ceranol	10,0	
Phenoxethylisobutylal	3,9	
Linalool	3,0	
p-tert-Butylcyclohexylacetal	3,0	
Ceranol	2,0	
Phenylethylacetal	2,0	
Benzylacetal	2,0	
α/β-Ionon	2,0	
Larvaldehyd (10%ige Lösung in Diethylphthalat)	2,0	
α/Ionon	2,0	
Dimethylbenzylcarbinylacetal	1,0	
Quinacetal	1,0	
Rose-Oxide R (10%ige Lösung in Diethylphthalat)	1,0	
Ylan Ylang	1,0	
Undecenaldehyd (10%ige Lösung in Diethylphthalat)	1,0	
Butanescenon, 1%ige Lösung in Diethylphthalat	1,0	
100,0		

5 Es wurde ein Parfum aus den folgenden Bestandteilen hergestellt:

Beispiel 26

gen zu den Eigenschaften der Cesamidnote oder der einflussreichen Produkte, den sogenannten Technischparfums bei, die durch Auflösung in 5 Teilen Ethanol erhalten werden können.



- 31 Gew.-% der Neodecansäuren eine Struktur haben, bei der R' und R'' Methyl sind und R Hexyl ist;
 31 Gew.-% der Neodecansäuren eine Struktur haben, bei der R' Methyl ist, R'' ein Alkylrest ist, der mehr Kohlen-
 stoffatome als Methyl und weniger Kohlenstoffatome als Hexyl
 aufweist und
 2 Gew.-% der Neodecansäuren eine Struktur haben, bei der R' und R'' mehr Kohlenstoffatome als Methyl und we-
 niger als R aufweisen, wobei R weniger Kohlenstoffatome als Hexyl aufweist.
 5. Verwendung von mindestens einem N-Alkylneocalkanamid, dessen Alkylrest 1 bis 18 Kohlenstoffatome und des-
 sen Neocalkanylgruppe 7 bis 14 Kohlenstoffatome aufweist, als Wirkstoff zur Vertreibung von Insekten.
 6. Verwendung nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß der Alkylrest 1 bis 4 Kohlenstoffatome aufweist.
 7. Verwendung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß der Alkylrest 1 oder 2 Kohlenstoffatome aufweist.
 8. Verwendung nach einem der Ansprüche 5 bis 7 als Bestandteil eines Reinigungsmittels für harte oder weiche
 Oberflächen, eines leichtflüchtigen Textilwaschmittels, eines Haarwaschmittels, eines Tapfenchampoo, eines
 Seifenstücks, einer Insektenabwehrzusammensetzung oder eines Parfüms.

